

УДК: 669.71:543.423

## ОПЫТ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АНАЛИЗАТОРА МАЭС В АЛЮМИНИЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

*А.В.Книжник, С.В.Липко, А.В.Кюн*

*Сибирский научно-исследовательский, конструкторский и проектный институт алюминиевой и  
электродной промышленности (ОАО «СибВАМИ»)  
664007, Иркутск, Советская, 55  
lfha@sibvami.ru*

В аналитической практике лаборатории физических и химических методов анализа института ОАО «СибВАМИ» накоплен значительный опыт по количественному анализу таких объектов алюминиевого производства, как шламы, шлаки, пыль газоочистки, хвосты пенной флотации, коксы, пеки, анодная масса, электролиты, а также алюминиевых сплавов, первичного алюминия и глинозема. Анализ трех последних объектов выполняется в соответствии с действующими ГОСТами и входит в область аккредитации лаборатории. Цель статьи: познакомить сообщество аналитиков с нашими достижениями в области аналитического контроля производства алюминия, поэтому данная статья носит обзорный характер. В дальнейшем мы планируем прокомментировать каждый объект анализа более подробно.

**Книжник Алексей Владимирович - кандидат химических наук; старший научный сотрудник ОАО «СибВАМИ».**

**Область научных интересов: квантовая химия, атомно-эмиссионный спектральный анализ**

**Автор 15 опубликованных работ**

**Липко Сергей Владимирович - аспирант; научный сотрудник ОАО «СибВАМИ»**

**Область научных интересов: атомно-силовая и туннельная сканирующая микроскопия, нанохимия, экспериментальная геохимия, атомно-эмиссионный спектральный анализ**

**Автор 20 опубликованных работ**

**Кюн Альбина Венедиктовна - старший научный сотрудник ОАО «СибВАМИ»**

**Область научных интересов: аналитический контроль производства алюминия, рентгеновский анализ, атомно-эмиссионный спектральный анализ**

**Автор 20 опубликованных работ.**

Важнейшей характеристикой первичного алюминия, определяющей его сортность по ГОСТ 11069-74, является содержание металлических примесей. Примеси могут поступать в алюминий из сырья и различных технологических продуктов, поэтому необходим аналитический контроль этих объектов. В современных условиях заводы вынуждены работать с различными поставщиками углеродистых материалов, глинозема и фтористых солей, с чем связаны довольно значительные вариации их химического состава. В целях обеспечения устойчивых технологических решений требуется постоянный входной контроль качества сырья. Имеющиеся методы аналитического контроля для определения содержания микропримесей не всегда достаточно оперативны и требуют значительных трудовых и материальных затрат. Аналитические комплексы зарубежного производства, помимо высокой стоимости, часто являются узко специализированными, т.е. могут применяться для решения ограниченного круга задач.

В ОАО «СибВАМИ» установлен анализатор атомно-эмиссионных спектров – МАЭС, позволяющий значительно расширить круг аналитических задач, решаемых методом атомной эмиссии, повысить информативность, оперативность и точность атомно-эмиссионного анализа [1]. С использованием этого устройства можно определять содержание многих примесей (Si, Fe, Ca, Cr, Cu, Ga, Mg, Mn, Ti, V, Zn, В и др.) в различных объектах в широком диапазоне концентраций (0,001÷10,0 %). В аналитической лаборатории

института накоплен значительный опыт по количественному анализу таких объектов, как шламы, шлаки, пыль газоочистки, хвосты пенной флотации, коксы, пеки, анодная масса, электролиты, а также алюминиевых сплавов, первичного алюминия и глинозема [2, 3]. Анализ трех последних объектов выполняется в соответствии с действующими ГОСТами и входит в область аккредитации лаборатории.

редитации лаборатории.

Таким образом, метод атомно-эмиссионной спектроскопии позволяет получать оперативную информацию о содержании примесей на различных технологических этапах производства алюминия. Схематично эти этапы показаны на рис. 1. В ОАО «СибВАМИ» разработаны методики анализа всех указанных на этом рисунке объектов.

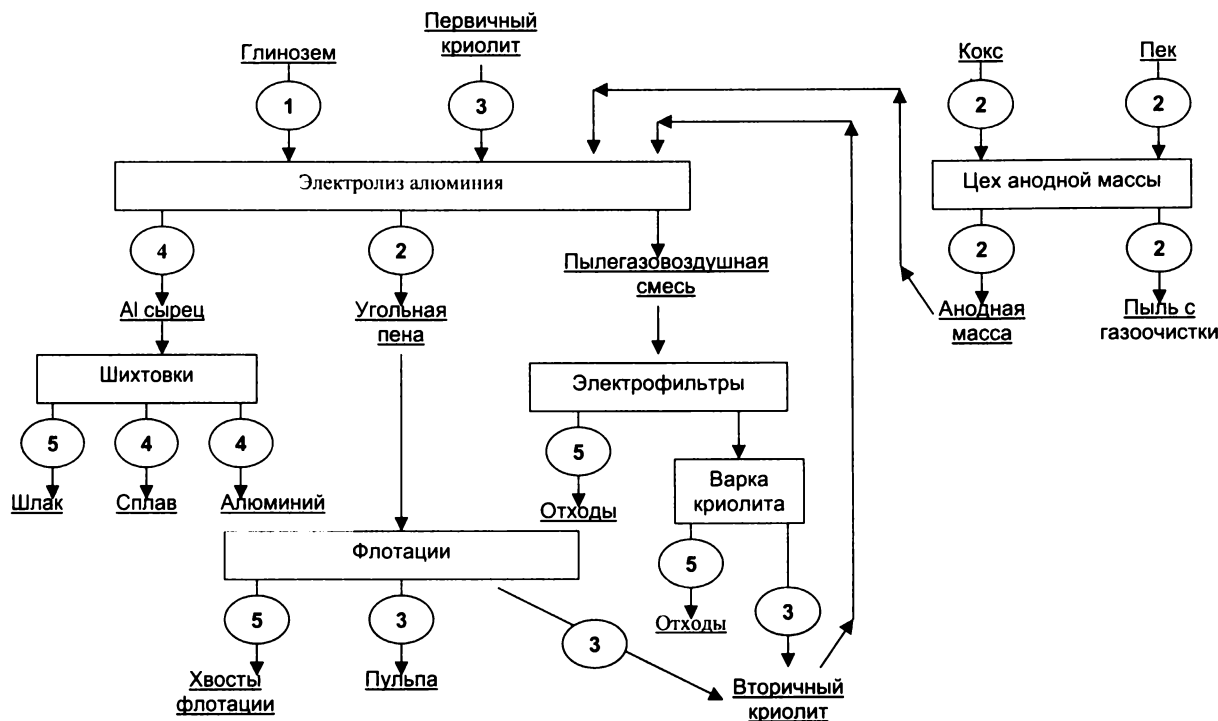


Рис. 1. Схема планируемого контроля производства алюминия

Цифрами обозначены точки контроля следующих объектов: 1 – глинозем; 2 – углеграфитовые материалы; 3 – фтористые соли; 4 – алюминий и сплавы на его основе; 5- отходы

1. *Спектральный анализ глинозема.* Первой точкой применения атомно-эмиссионного спектрального анализа может стать входной контроль глинозема при условии, что он будет соответствовать требованиям ГОСТ 23201-78. Благодаря оперативности и низкой себестоимости анализов внедрение указанного контроля позволит распределять партии глинозема, различающиеся по содержанию примесей, по различным силосам, и использовать их на разных электролизерах. Полученную информацию можно применять для поиска зависимостей между гранулометрическим, фазовым и химическим составами глинозема. Кроме этого, оперативный контроль содержания примесей в глиноземе может быть актуален при использовании сухой газоочистки, поскольку фторированный глинозем обогащен компонентами отходящих газов.

2. *Спектральный анализ углеграфитовых материалов.* Учитывая значительный расход анодной массы (550 кг на тонну алюминия), содержа-

ние примесей в поступающих на завод коксах и пеках может влиять на сортность первичного алюминия. За рубежом применяются жесткие спецификации на пек и кокс [4], в то время как у нас в стране содержание микропримесей в этих объектах иногда контролируют не в полном объеме. Методика спектрального анализа углеграфитовых материалов позволяет определять содержание минеральных примесей (B, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Si, Ti, V, Zn) в сырье, в анодной массе и в угольной пене электролизеров. Диапазон определяемых концентраций составляет  $0,001 \div 4,00\%$ .

3. *Спектральный анализ фтористых солей.* Такой анализ необходимо проводить не только для первичного, флотационного и регенерационного криолита, но также для различных технологических растворов. Для установления состава фтористых солей разработана методика, позволяющая одновременно определять содержание Ca, Mg, а также Li, который недавно стали использовать в качестве добавки к электролиту,

и микропримеси, такие как Si, Cr, Fe, Mn, Ti, Zn.

Применявшиеся ранее методики спектрального анализа электролитов были недостаточно эффективны. Для устранения влияния формы фтористых солей на результаты анализа использовали либо наборы СО различных типов, либо электроды сложной формы. Разработанная на сегодняшний день методика позволяет применять единый набор СО для анализа различных форм фтористых солей. Это стало возможно благодаря возбуждению спектров с помощью современного генератора FireBall в следующем режиме: униполярная прерывистая дуга, проба – анод, сила тока 20 А, частота 100 Гц, скважность 20 %. Указанный режим обеспечивает высокие метрологические характеристики результатов измерений.

**4. Спектральный анализ алюминия и сплавов на его основе.** Атомно-эмиссионный спектральный анализ применяют для контроля состава первичного алюминия (ГОСТ 3221-85) и алюминиевых сплавов (ГОСТ 7727-81). При прохождении аккредитации было отмечено, что точность разработанных в ЛФХА (лаборатория физических и химических методов анализа) методик не только удовлетворяет требованиям этих ГОСТов, но и превосходит их.

Диапазон концентраций примесей, определяемых в алюминиевых сплавах по разработанной методике, приведен на рис.2. Разработанная методика отличается от существующих оперативностью и экспрессностью. Полученные результаты подтвердили компетентность ОАО «СибВАМИ» на право проведения спектрального анализа алюминиевых сплавов (аттестат аккредитации № РОСС Ру.0001.514086).

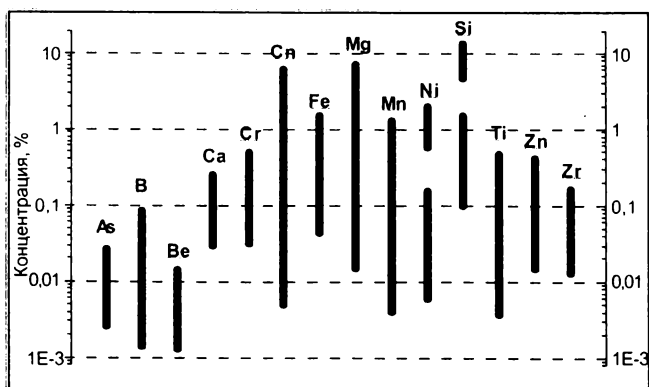


Рис. 2. Диапазоны концентраций примесей, определяемые по разработанной методике

При разработке методики были использованы богатые возможности программного обеспечения (ПО) «АТОМ», в частности, различные способы учета спектрального фона. Так, при количественном определении содержания меди градуировоч-

ный график в области низких концентраций отличался от линейного. Это связано с неверным учетом границ аналитической линии (рис.3), которые автоматически определяются программой.

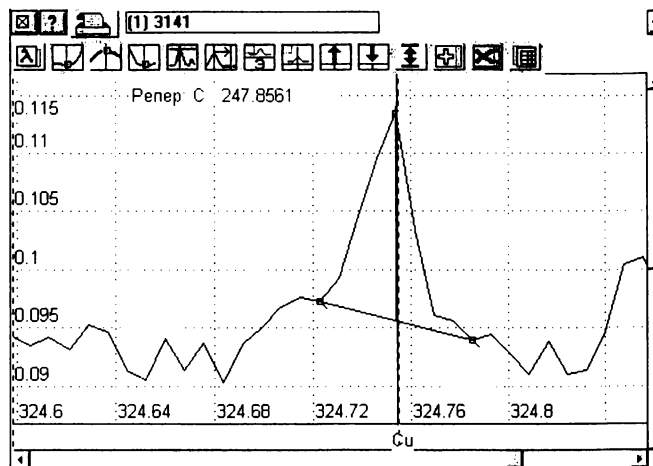


Рис. 3. Автоматическое определение границ линии меди 327,3954 нм

Ручное задание границ линий позволило нивелировать систематическую погрешность при определении содержания меди (рис.4). Оптимальные границы регистрации линии определялись эмпирически. При вычислении использовалось минимальное значение фона.

**5. Спектральный анализ отходов производства алюминия.** Производство алюминия сопряжено с образованием большого количества отходов (пыли, шламов, шлаков, угольной пены, хвостов флотационных процессов и др.). В зависимости от матричного состава отходов ранее применяли различные методики определения содержания примесей. Разработанная в ЛФХА методика позволяет выполнять анализ единообразно, вне зависимости от типа отходов. По данной методике возможно определять следующие примеси: Ca, Fe, Mn, Mg, Si, Ti в диапазоне концентраций  $0,01 \div 6,0$  %. Указанные примеси важны при определении класса опасности отходов и для контроля производственного процесса.

Кроме того, методика позволяет определять содержание Ga, что важно для решения вопроса о последующей переработке отходов. Для одновременного определения примесей с различными содержаниями использовалась дуга с высокой силой тока. При этом интенсивность линии Ga 294,3637 нм часто оказывается выходящей за границы области регистрации.

На менее интенсивную линию Ga 294,417 нм может накладываться спектральный контур линии железа 294,438 нм. Тем не менее, использование линии Ga 294,417 нм позволяет надежно определять содержание галлия в пробах.

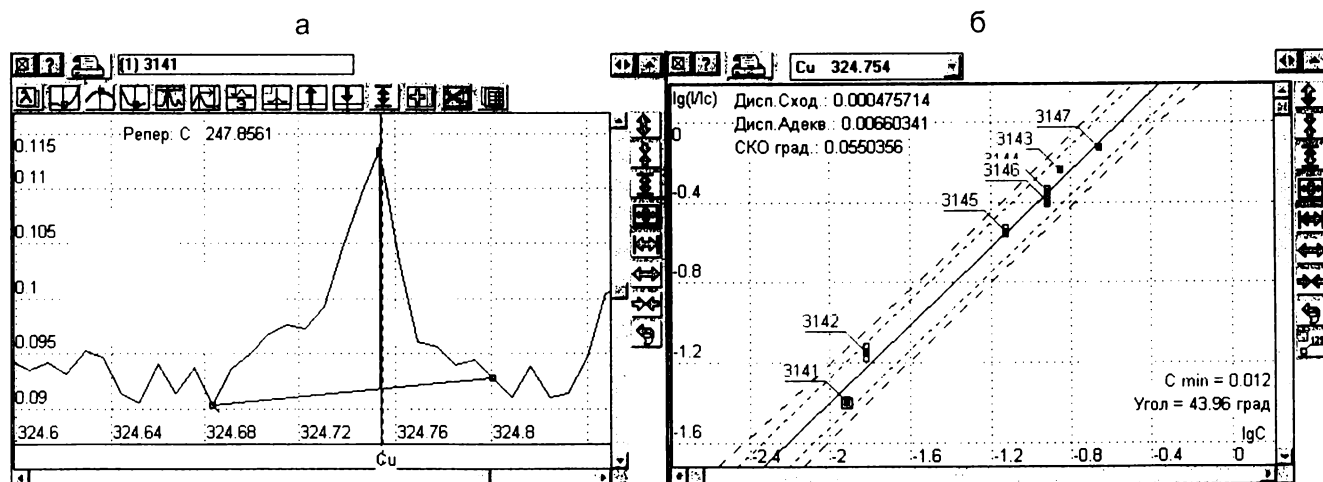


Рис. 4. Ручная установка границ линии меди 327,3954 нм (а) и получаемый при этом градуировочный график для определения меди (б)

Для этого применяется процедура учёта вклада мешающих линий. Выполнение этой процедуры возможно благодаря использованию ПО «АТОМ». Пример разделения спектральных линий показан на рис.5.

Проведённые исследования позволили сделать вывод о возможности применения аналитического комплекса ДФС – 8 — МАЭС — FireBall не только для выполнения рутинных анализов, связанных с контролем качества сырья и готовой продукции, но и для выполнения исследовательских работ и оперативной разработки методик анализа технологических продуктов, отходов алюминиевого производства и углеграфитовых материалов.

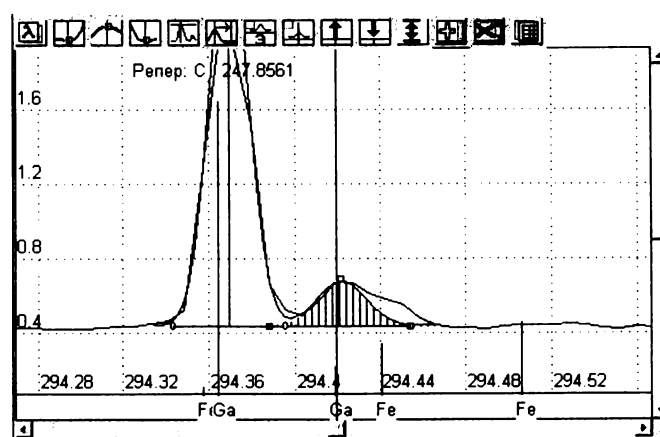


Рис. 5. Разделение спектральных контуров линий Ga 294,173 нм и Fe 294,4378 нм в программе "Атом"

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Гаранин В.Г. Аналитические возможности многоканального анализатора эмиссионных спектров. Дис. ... канд. хим. наук. Новосибирск, 2002. 120 с.
2. Липко С.В. Применение МАЭС-10 для анализа глинозема / С.В.Липко, А.В.Книжник, А.В. Кюн // Тез. докл. рег. науч.-техн. конф. алюминиевой пром-ти. Иркутск, 2003. 80 с.
3. Книжник А.В. Использование спектрального анализа в алюминиевой промышленности / А.В.Книжник, С.В.Липко, А.В.Кюн // Тез. докл. рег. науч.-техн. конф. алюминиевой пром-ти. Иркутск, 2003. 82 с.
4. R&D Carbon LTD. Anodes for Aluminium Industry // 1-st Edition, 1995. Sierre (Switzerland). 394 p.

\* \* \* \* \*

#### EXPERIENCE OF AN EMISSION SPECTRUMS MULTICHANNEL ANALYZER USAGE IN ALUMINIUM INDUSTRY

A.V.Knizhnik, S.V.Lipko, A.V.Kyun

Considerable experience on quantitative analysis of such objects of aluminium manufacture as muds, skims, gas scrubbing dust, flotation tailings, cokes, pitches, anode paste, electrolytes, as well as aluminium alloys, primary aluminium and alumina was accumulated in analytic practice of physical and chemical analysis techniques of the Institute "SibVAMI" JSC. Analysis of the last three objects (aluminium alloys, primary aluminium and alumina) is carried out in accordance with the Government Standards in force and included in the sphere of laboratory accreditation.

The objective of the article is familiarization of the analysts' community with our achievements in the sphere of aluminium production analytical control, so this article is of a survey character. Later on we are planning to comment every objects of analysis in details.